

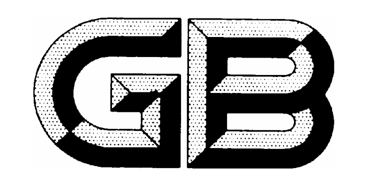
GB WTO 3322 (2012) (Chinese): Nicosulfuron technical material



BLANK PAGE



ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX

烟嘧磺隆原药

Nicosulfuron technical material

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准的第3章、第5章是强制性的，其余是推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用FAO规格709/TC(May 2006)《烟嘧磺隆原药》（Nicosulfuron technical material）。

本标准与FAO规格《烟嘧磺隆原药》（Nicosulfuron technical material）的主要技术指标差异及原因：

——本标准控制烟嘧磺隆质量分数≥92%，FAO规格控制烟嘧磺隆质量分数≥91%，由于国内企业产品质量提高，本标准要求高于FAO标准。

——为了指标更加全面，本标准控制水分≤5.0%、pH值范围3.0～7.0、二甲基甲酰胺不溶物质量分数≤0.3%，FAO规格未控制水分、pH值、二甲基甲酰胺不溶物这三项指标。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(SAC/TC 133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院有限公司。

本标准参加起草单位：合肥久易农业开发有限公司、山东京博农化有限公司、江苏快达农化股份有限公司、合肥星宇化学有限责任公司、江苏长青农化股份有限公司、淄博新农基农药化工有限公司、江苏省激素研究所股份有限公司、江苏天容集团股份有限公司。

本标准主要起草人：于亮、李秀杰、沈运河、何少辉、陈杰、赵国霞、吉玉平、田俊生、孔繁蕾、虞国新。

烟嘧磺隆原药

1 范围

本标准规定了烟嘧磺隆原药的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运和验收期。

本标准适用于由烟嘧磺隆和生产中产生的杂质组成的烟嘧磺隆原药。

注：烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数参见附录A。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1600 农药水分测定方法（CIPAC MT30，MOD）

GB/T 1601 农药pH值的测定方法

GB/T 1605—2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法（ISO 3696-1987，MOD）

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19138 农药丙酮不溶物测定方法（CIPAC MT27，MOD）

3 要求

3.1 外观

灰白色至土黄色颗粒或粉末状固体，无可见的外来物和添加的改性剂。

3.2 技术指标

烟嘧磺隆原药还应符合表1要求。

表1 烟嘧磺隆原药质量控制项目指标

项目		指标
烟嘧磺隆质量分数/%	≥	92.0
二甲基甲酰胺不溶物质量分数[a]/%	≤	0.3
水分/%	≤	5.0
pH值范围		3.0～7.0
[a] 正常生产时,二甲基甲酰胺不溶物质量分数每3个月至少测定一次。		

4 试验方法

安全提示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规的规定。

4.1　一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的三级水。检验结果的判定按GB/T 8170-2008中的4.3.3修约值比较法进行。

4.2　抽样

按GB/T 1605—2001中“商品原药采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于100 g。

4.3　鉴别试验

红外光谱法——试样与标样在4000cm $^{-1}$～400cm $^{-1}$范围的红外吸收光谱图应没有明显区别。标样红外光谱图见图1。

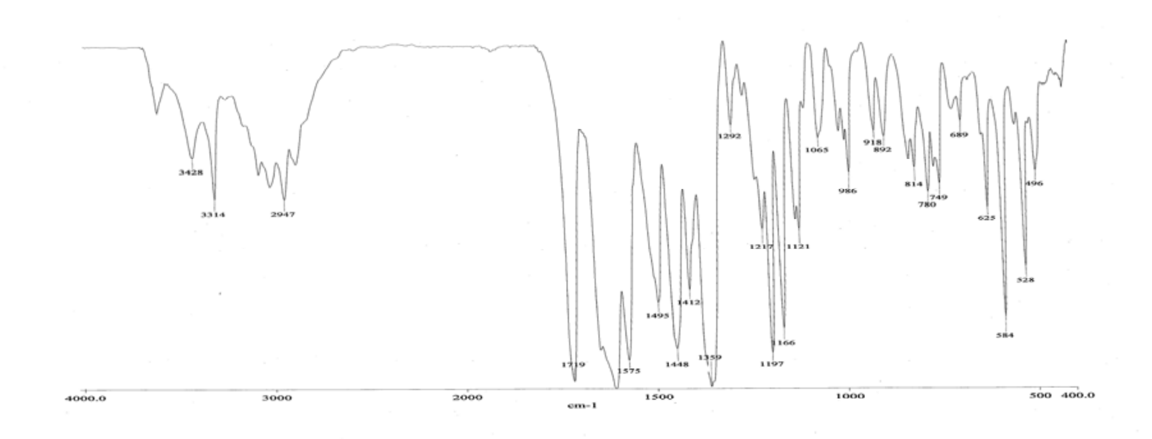


图1　烟嘧磺隆标准红外光谱图

液相色谱法———本鉴别试验可与烟嘧磺隆质量分数的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某个色谱峰的保留时间与标样溶液中烟嘧磺隆的色谱峰的保留时间，其相对差值应在1.2%以内。

4.4　烟嘧磺隆质量分数的测定

4.4.1　方法提要

试样用乙腈氨水溶液溶解,以乙腈+水+冰乙酸为流动相，使用以Symmetry　C_{18}为填料的不锈钢柱和紫外检测器（240 nm），对试样中的烟嘧磺隆进行高效液相色谱分离和测定。

4.4.2　试剂和溶液

乙腈（色谱纯）；
水：新蒸二次蒸馏水；
冰醋酸;
氨水(NH_3·H_2O)：ω(NH_3)＝26%～30%;
氨水溶液：ψ (H_2O：NH_3·H_2O)＝300：1；
乙腈氨水溶液：ψ (乙腈：氨水溶液)＝50：50;
烟嘧磺隆标样：已知烟嘧磺隆质量分数，ω≥97.0%。(在105℃下，烘干1小时后使用)

4.4.3 仪器

高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器；

色谱数据处理机或工作站；

色谱柱：250 mm×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱,内装Symmetry C_{18} 5μm 填充物（或同等效果的色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径约0.45 μm；

微量进样器：50 μL；

定量进样管：5 μL；

超声波清洗器。

4.4.4 高效液相色谱操作条件

流动相：ψ（CH_3CN∶H_2O）=40∶60水用冰乙酸调pH值至3.0；

流速：1.0 mL/ min；

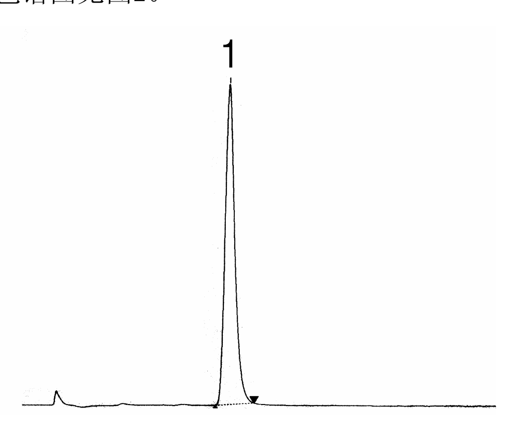
柱温：室温(温差变化应不大于2℃)；

检测波长：240 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：烟嘧磺隆约6.0 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的烟嘧磺隆原药高效液相色谱图见图2。



1—烟嘧磺隆。

图2 烟嘧磺隆原药的高效液相色谱图

4.4.5 测定步骤

4.4.5.1 标样溶液的制备

称取0.05 g（精确至0.000 2 g）烟嘧磺隆标样，置于50 mL容量瓶中，加入40mL乙腈氨水溶液，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀,用乙腈氨水稀释至刻度。用移液管移取上述溶液10 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈氨水溶液稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 试样溶液的制备

称取含烟嘧磺隆0.05 g（精确至0.000 2 g）的试样，置于50 mL容量瓶中，加入40mL乙腈氨水溶液，超声波振荡5 min使试样溶解，冷却至室温，摇匀,用乙腈氨水稀释至刻度。用移液管移取上述溶液10 mL于50 mL容量瓶中，用乙腈氨水溶液稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 测定

在上述操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针烟嘧磺隆峰面积相对变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.4.5.4 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中烟嘧磺隆峰面积分别进行平均。试样中烟嘧磺隆的质量分数按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots(1)$$

式中：

ω_1——试样中烟嘧磺隆质量分数，以%表示；

A_2——试样溶液中，烟嘧磺隆峰面积的平均值；

A_1——标样溶液中，烟嘧磺隆峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克(g)；

ω——烟嘧磺隆标样的质量分数，以%表示；

m_2——试样的质量，单位为克(g)。

4.4.6 允许差

烟嘧磺隆质量分数两次平行测定结果之差，应不大于1.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 二甲基甲酰胺不溶物质量分数的测定

4.5.1 试剂

二甲基甲酰胺。

4.5.2 仪器

锥形烧瓶：具塞磨口，250 mL；

玻璃砂芯坩埚：G_3；

烘箱：105℃±2℃。

4.5.3 测定步骤

称取试样 5 g（精确至 0.01 g），放入 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 二甲基甲酰胺，加热回流 10min 至所有可溶物溶解，用已恒重的坩埚过滤溶液，再用 60 mL 二甲基甲酰胺分三次洗涤锥形瓶，并抽滤。将坩埚置于烘箱（105℃±2℃）中干燥 30 min，取出冷至室温，称量。

二甲基甲酰胺不溶物质量分数按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \cdots\cdots(2)$$

式中：

ω_2——二甲基甲酰胺不溶物质量分数，以%表示；

m_1——恒重后坩埚与不溶物的质量，单位为克（g）；

m_0——坩埚的质量，单位为克（g）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

4.5.4 允许差

两次平行测定结果之相对偏差应不大于30%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 水分的测定

按GB/T 1600 中的“卡尔·费休法”进行，允许使用精度相当的微量水分测定仪。

4.7 pH值的测定

按GB/T 1601 进行。

4.8 产品的检验与验收

产品的检验与验收应符合GB/T 1604的规定。

5 标志、标签、包装、贮运、安全、验收期

5.1 标志、标签、包装

烟嘧磺隆原药的标志、标签、包装应符合GB 3796的规定；烟嘧磺隆原药应用编织袋内衬清洁的塑料袋或纸板桶内衬清洁的塑料袋包装，每袋、每桶净重量一般为20kg。也可根据用户要求或订货协议采用其他形式的包装，但需符合GB 3796的规定。

5.2 贮运

烟嘧磺隆原药包装件应贮存在通风、干燥的库房中；贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.3 安全

本品属中等毒性除草剂。吞噬和吸入均有毒，可经皮肤渗入。使用本品时要戴防护镜和胶皮手套穿必要的防护衣物。施药后应用肥皂和清水冲洗。误服者应立即送医院对症治疗。

5.4 验收期

烟嘧磺隆原药验收期为1个月。从交货之日起，在一个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合标准要求。

附　录　A
（资料性附录）
烟嘧磺隆的其他名称、结构是和基本物化参数

本产品有效成分烟嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

通用名称：烟嘧磺隆

ISO 通用名称：nicosulfuron

CAS 登录号：111991-09-4

化学名称：2-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基氨基甲酰氨基磺酰)-*N*,*N*-二甲基烟酰胺

结构式：

实验式：$C_{15}H_{18}N_6O_6S$

相对分子质量：410.4

生物活性：除草剂

熔点： 141℃～144℃

蒸气压：1.6×10^{-11} Pa(20℃)

溶解度(25℃，g/kg)：水 3.59 (pH=5 缓冲溶液)、12.2 (pH=7 缓冲溶液)、39.2 (pH=9 缓冲溶液) ；丙酮 18；乙醇 4.5；氯仿、二甲基甲酰胺 64；乙腈 23；甲苯 0.37；正己烷 < 0.02；二氯甲烷 160

稳定性：水溶液在25℃下的DT_{50}约15 d（pH5）、在pH7、pH9下稳定。
